

## Process for polishing glass articles

**Patent number:** DE3120711  
**Publication date:** 1982-12-09  
**Inventor:** SAELZLE ERICH DR (DE)  
**Applicant:** SAELZLE ERICH  
**Classification:**  
- **international:** C03C15/02  
- **european:** C03C15/02; C03C15/02B  
**Application number:** DE19813120711 19810525  
**Priority number(s):** DE19813120711 19810525; DE19792949383 19791207

### Abstract of **DE3120711**

The invention relates to the elimination of problems occurring when the process of the principal patent (P 2949383) is carried out caused by precipitation of colloidal silica in the polishing bath, by adding sodium sulphate to a polishing bath which is supersaturated with alkali metal silicofluorides and optionally already contains precipitated colloidal silica. Spontaneous precipitation of alkali metal silicofluorides is thus achieved and the performance of the polishing bath is restored.

---

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

30A - 91 287  
DZ

①⑨ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

①⑫ **Offenlegungsschrift**  
①⑪ **DE 3120711 A1**

⑤① Int. Cl. 3:  
**C03 C 15/02**

②① Aktenzeichen:  
②② Anmeldetag:  
④③ Offenlegungstag:

P 31 20 711.1-45  
25. 5. 81  
9. 12. 82

DE 3120711 A1

⑦① Anmelder:  
Sälzle, Erich, Dr., 8000 München, DE

⑥① Zusatz zu: P 29 49 383.2

⑦② Erfinder:  
gleich Anmelder

Erfindungsgegenstand

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤④ **Verfahren zum Polieren von Glasgegenständen**

Die Erfindung betrifft die Beseitigung der Probleme, die bei Durchführung des Verfahrens nach dem Hauptpatent (P 2949383) durch Ausfällung von kolloidaler Kieselsäure im Polierbad entstehen, indem einem an Alkalisilicofluoriden übersättigten Polierbad, welches ggf. bereits ausgefällte kolloidale Kieselsäure enthält, Natriumsulfat zugesetzt wird. Damit wird eine spontane Ausfällung von Alkalisilicofluoriden erreicht und die Arbeitsfähigkeit des Polierbades wieder hergestellt. (31 20 711)

DE 3120711 A1

PATENTANWÄLTE  
WUESTHOFF, v. PECHMANN-BEHRENS-GOETZ  
EUROPEAN PATENT ATTORNEYS

3120711

DR.-ING. FRANZ WUESTHOFF  
DR. PHIL. FREDA WUESTHOFF (1927-1956)  
DIPL.-ING. GERHARD FULS (1952-1971)  
DIPL.-CHEM. DR. E. FREIHERR VON PECHMANN  
DR.-ING. DIETER BEHRENS  
DIPL.-ING.; DIPL.-VL. FSCH.-ING. RUPERT GOETZ

1A-54 765

Anm.: Erich Sälzle

D-8000 MÜNCHEN 90  
SCHWEIGERSTRASSE 2

TELEFON: (089) 66 20 51

TELEGRAMM: PROTECTPATENT

TELEX: 524 070

### P a t e n t a n s p r ü c h e

1. Verfahren zum Polieren von Glasgegenständen in einem Polierbad (enthaltend Schwefelsäure und Flußsäure) unter Entfernen der gelösten Natrium- und/oder Kaliumionen und Abspülen der fertig polierten Gegenstände mit Wasser nach DE-PS 29 49 383, dadurch gekennzeichnet, daß man dem Polierbad, dessen Schwefelsäure-Konzentration zumindest 66 Gew.-% beträgt, Natriumsulfat zusetzt, wenn sich im Polierbad gelförmige kolloidale Kieselsäure abgeschieden hat bzw. abzuscheiden beginnt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man der Poliersäure etwa 8 bis 20 g/l Natriumsulfat zusetzt.

## 2

B e s c h r e i b u n gVerfahren zum Polieren von Glasgegenständen

Gegenstand des Hauptpatents 29 49 383 ist ein Verfahren zum Polieren von Glasgegenständen in einem Polierbad, welches Schwefelsäure und Flußsäure enthält, und Abspülen der fertig polierten Gegenstände mit Schwefelsäure und/oder Wasser, wobei man aus der Poliersäure kontinuierlich, absatzweise oder von Zeit zu Zeit die gelösten Natrium- und/oder Kaliumionen entfernt. Diese Entfernung der Alkaliionen geschieht durch Zugabe von Silicofluorwasserstoffsäure und Abtrennen der ausgefällten Natrium- bzw. Kaliumsilicofluoride, durch Abtrennen in einer Elektrolysezelle mit kationensemipermeabler Membran oder mit Hilfe eines Kationenaustauschers.

Bei dem Verfahren nach dem Hauptpatent bildet sich auf den zu polierenden Glasgegenständen der übliche Polierbelag, der in üblicher Weise in einem Schwefelsäure-Waschbad abgelöst wird, woraufhin die Glasgegenstände neuerlich ins Polierbad getaucht werden und so fort, bis der angestrebte Poliergrad erreicht ist.

Nun zeigte sich bei der Durchführung des Verfahrens nach dem Hauptpatent, daß durch die Herabsetzung des Alkaligehalts des Polierbades und bei Aufrechterhaltung einer Schwefelsäure-Konzentration innerhalb des Polierbades von zumindest 66 Gew.-% der Belag auf den Glasgegenständen derartig modifiziert wird, daß diese Wechselbehandlung Polierbad/Schwefelsäure-Waschbad erheblich eingeschränkt werden kann und bei verschiedenen Glassorten man mit einer einmaligen Tauchung in das Polierbad den angestrebten Poliergrad erreichen kann.

Bei dieser Verfahrensweise ergab sich jedoch eine beträchtliche Schwierigkeit. Nach einer gewissen Arbeitszeit des Polierbades reichert sich dieses mit Silicaten stark an. Bei Schwefelsäure-Konzentrationen von zumindest 66 % kommt es trotz vorhandener Flußsäure zur Bildung von kolloidaler Kieselsäure, welche in Form eines Gels ausfällt und die Arbeitsfähigkeit des Polierbads zunächst erheblich einschränkt und dann schließlich zum Erliegen bringt.

Bei der Durchführung des Polierverfahrens mit Wechselbehandlung befinden sich im Polierbad nur geringe Anteile an Silicationen, während der Hauptanteil der von den Glasgegenständen abgelösten Silicate im Schwefelsäure-Waschbad anfällt bzw. während der Wechselbehandlung als  $\text{SiF}_4$  abdampft. Bei einem einzigen Eintauchen in das Polierbad bis zur Erreichung des gewünschten Poliergrades ist dies nicht mehr möglich, sondern die gesamten gelösten Silicate befinden sich daher im Polierbad.

Es kann angenommen werden, daß in diesem gelhaltigen Polierbad die Gelteilchen der kolloidalen Kieselsäure  $\text{SiO}_2$  oberflächlich negativ geladen sind und an der Oberfläche der Teilchen adsorptiv gebundene Kaliumionen tragen. Läßt man dieses kolloidale System einige Zeit, wie eine bis mehrere Stunden oder über Nacht, stehen, so löst sich das gebildete Gel wieder auf, das Bad ist jedoch für eine weitere Verwendung nicht mehr zu gebrauchen. Die Konzentration an Silicofluorwasserstoffsäure ist nämlich zu hoch, so daß kein homogener Angriff der Flußsäure des Polierbades auf die Glasflächen mehr stattfindet. Die Kaliumionen haben zunächst das Kieselsäuregel weitgehend stabilisiert. Nach einem Ladungsausgleich reagiert die kolloidale Kieselsäure mit den adsorbierten Kaliumionen unter der Einwirkung der vorhandenen Flußsäure zu einer übersättigten Lösung von Kaliumsilicofluorid und dieses fällt nicht mehr aus.

Erfindungsgemäß wurde nun festgestellt, daß es durch Zugabe von Natriumsulfat in ein solches Kieselgel enthaltendes Polierbad oder zur bereits an Alkalisilicofluoriden übersättigten Lösung zu einer spontanen Ausfällung von Alkalisilicofluoriden kommt. Die erfindungsgemäße Zugabe von Natriumionen als Natriumsulfat in das Polierbad führt zu einer Destabilisierung des Kieselsäuregels, hebt die Übersättigung des Bades an Kaliumsilicofluorid auf und gestattet wieder die Entfernung von Natrium- und/oder Kaliumionen und zwar zusammen mit einer beträchtlichen Menge an Silicaten, während gleichzeitig dem Bad Sulfationen zugeführt werden. Die Arbeitsfähigkeit des Bades ist nach Abzug des gebildeten Niederschlags wieder hergestellt.

Im allgemeinen reicht ein Zusatz an  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  von etwa 8 bis 20 g pro Liter Poliersäure.

Die Erfindung wird anhand folgender Beispiele weiter erläutert.

#### Beispiel 1

Es werden maschinengeschliffene Bleikristallkelche in einem Polierbad von 67 %-iger Schwefelsäure und 3 %-iger Flußsäure bei 55 °C innerhalb von 15 min unter Bewegung poliert. Danach werden die Körbe mit den Glasgegenständen aus dem Polierbad genommen und mit Wasser abgewaschen.

Nach ca. 15 bis 18 Chargen wurden dem Bad 10 kg Natriumsulfat zugegeben. Das ausgefallene Kalium/Natriumsilicofluorid wird abgetrennt und nach Auffrischen des Bades mit Flußsäure das so regenerierte Polierbad wieder seiner Verwendung zugeführt.

Beispiel 2

Es wurden gepreßte schwere Bleikristall-Gegenstände in einem Polierbad von 70 %  $\text{H}_2\text{SO}_4$  und 7,5 % HF bei 50 °C unter Bewegen 12 min gehalten, aus dem Polierbad genommen und mit Wasser gewaschen.

Nach ca. 10 Chargen wurden dem Polierbad 12 kg Natriumsulfat zugegeben. Nach beendeter Ausfällung der Natrium/Kaliumsilicofluoride wurden diese von der Poliersäure abfiltriert, die verbrauchte Flußsäure nachgefüllt und das so regenerierte Polierbad wieder seiner Verwendung zugeführt.